

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-069623

(43)Date of publication of application : 08.03.2002

(51)Int.Cl.

C23C 14/34
C22C 19/07
G11B 5/64
G11B 5/851
H01F 10/16

(21)Application number : 2000-260372

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 30.08.2000

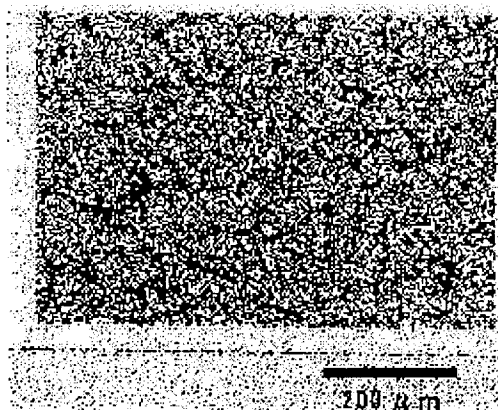
(72)Inventor : UENO TOMONORI
MURATA HIDEO
TANIGUCHI SHIGERU

(54) Co-Cr-Pt-B BASED TARGET AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a Co-Cr-Pt-B based target having a fine and uniform structure.

SOLUTION: The Co-Cr-Pt-B based target having a fine and uniform structure, can be obtained by controlling an average diameter of a cell, that is divided by a net work formed by a boride, to be 200 μm .



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 05.03.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 07.07.2006

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

特開1

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-69623

(P2002-69623A)

(43) 公開日 平成14年3月8日 (2002.3.8)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコ-ト* (参考)
C 2 3 C 14/34		C 2 3 C 14/34	A 4 K 0 2 9
C 2 2 C 19/07		C 2 2 C 19/07	C 5 D 0 0 6
G 1 1 B 5/64		G 1 1 B 5/64	5 D 1 1 2
5/851		5/851	5 E 0 4 9
H 0 1 F 10/16		H 0 1 F 10/16	
審査請求 有 請求項の数 7 O L (全 7 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-260372(P2000-260372)

(22) 出願日 平成12年8月30日 (2000.8.30)

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社
東京都港区芝浦一丁目2番1号

(72) 発明者 上野 友典

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属
株式会社冶金研究所内

(72) 発明者 村田 英夫

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属
株式会社冶金研究所内

(72) 発明者 谷口 繁

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属
株式会社安来工場内

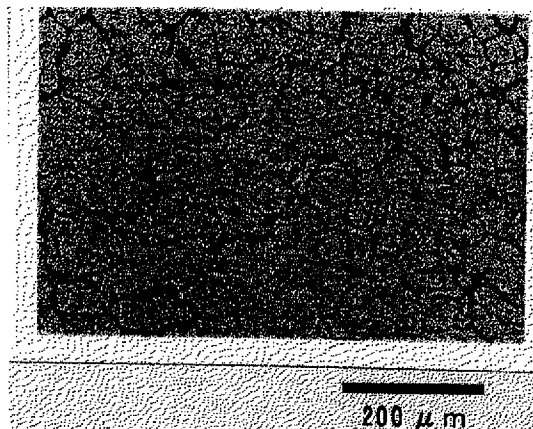
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 Co-Cr-Pt-B系ターゲットおよび磁気記録媒体

(57) 【要約】

【課題】 従来の鑄造ターゲットは結晶が粗大かつ不均一であり、磁性膜の保磁力や角型比といった磁気特性にばらつきが生じる原因となっていた。

【解決手段】 ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径を200 μ m以下とすることにより、微細かつ均一な組織を有するCo-Cr-Pt-B系ターゲットとすることができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径が $200\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするCo-Cr-Pt-B系ターゲット。

【請求項2】 マトリクスの平均結晶粒径が $40\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項1に記載のCo-Cr-Pt-B系ターゲット。

【請求項3】 ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径のばらつきが、ターゲット表面部平均径 a_s ／ターゲット中心部平均径 a_m で $0.5\sim 2.0$ であることを特徴とする請求項1ないし2のいずれかに記載のCo-Cr-Pt-B系ターゲット。

【請求項4】 マトリクスの平均結晶粒径のばらつきが、ターゲット表面部平均粒径 b_s ／ターゲット中心部平均粒径 b_m で $0.5\sim 2.0$ であることを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載のCo-Cr-Pt-B系ターゲット。

【請求項5】 $1\leq B\leq 15\text{at}\%$ 、 $5\leq \text{Pt}\leq 30\text{at}\%$ 、 $10\leq \text{Cr}\leq 30\text{at}\%$ 、残部実質的にCoからなることを特徴とする請求項1ないし4のいずれかに記載のCo-Cr-Pt-B系ターゲット。

【請求項6】 $0<(\text{Ti}+\text{Zr}+\text{Hf}+\text{V}+\text{Nb}+\text{Ta}+\text{Mo}+\text{W}+\text{Mn}+\text{Re}+\text{Ru}+\text{Os}+\text{Rh}+\text{Ir}+\text{Ni}+\text{Pd}+\text{Cu}+\text{Ag}+\text{Au}+\text{C})<40\text{at}\%$ であることを特徴とする請求項1ないし5のいずれかに記載のCo-Cr-Pt-B系ターゲット。

【請求項7】 非磁性基板上に請求項1ないし6のいずれかに記載のターゲットを用いて成膜したCo-Cr-Pt-B系薄膜を少なくとも1層以上形成していることを特徴とする磁気記録媒体

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気ディスク装置などに用いる磁気記録媒体の磁性膜を形成するために用いられるCo-Cr-Pt-B系ターゲットおよび磁気記録媒体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、Co系磁性膜は高密度な磁気記録が可能となるように発展してきており、Co系磁性膜にTaやPtの添加が行われてきた。さらに、Co系磁性膜にBを添加することにより、磁気特性が著しく改善されることがJ. Appl. Phys. 84、6202 (1998)、などに報告されている。

【0003】このCo系磁性膜を作製する方法としては、上述した文献等に記載されるようにスパッタリング法などが使用できる。スパッタリング法においては、膜組成の供給源となるターゲットが必要となる。上述のBが添加されたCo系磁性膜を形成するために用いるター

ゲットは、通常、円筒型のFe製の鋳型に鋳込み、できた鋳塊を所定の厚さにスライスして作製する。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明者は上述のJ. Appl. Phys. 84、6202 (1998)、に記載されるようなCo系磁性膜を形成するためのターゲットについて検討を行った。その結果、作製した磁性膜の保磁力や角型比といった磁気特性にばらつきが生じる問題が発生した。

【0005】鋳造ターゲットは、ある程度微細なチル晶、粗大かつ冷却方向に依存する柱状晶、そしてある程度粗大な等軸晶とで形成されるため、結晶が粗大かつ不均一であり、このことが磁性膜の保磁力や角型比といった磁気特性にばらつきが生じる原因となっていた。本発明の目的は、微細かつ均一な組織を有するCo-Cr-Pt-B系ターゲットを提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者は、検討の結果、円筒型のFe製の鋳型に鋳込み、できた鋳塊を所定の厚さにスライスして作製したCo-Cr-Pt-B系の鋳造ターゲットを使用した時の磁性膜の特性にばらつきが生じる問題は、ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルすなわちデンドライトの大きさに依存することを見だし、本発明に到達した。

【0007】すなわち、本発明はホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径が $200\mu\text{m}$ 以下であるCo-Cr-Pt-B系ターゲットである。

【0008】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットは、マトリクスの平均結晶粒径が $40\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

【0009】さらに、本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットは、ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径のばらつきが、ターゲット表面部平均径 a_s （以下、 a_s とする）／ターゲット中心部平均径 a_m （以下、 a_m とする）で $0.5\sim 2.0$ であることが好ましく、マトリクスの平均結晶粒径のばらつきが、ターゲット表面部平均粒径 b_s （以下、 b_s とする）／ターゲット中心部平均粒径 b_m （以下、 b_m とする）で $0.5\sim 2.0$ であることがより好ましい。

【0010】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットの好ましい組成としては $1\leq B\leq 15\text{at}\%$ 、 $5\leq \text{Pt}\leq 30\text{at}\%$ 、 $10\leq \text{Cr}\leq 30\text{at}\%$ 、残部実質的にCoである。さらに、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Mo、W、Mn、Re、Ru、Os、Rh、Ir、Ni、Pd、Cu、Ag、AuおよびCから選ばれる1種もしくは2種以上の元素を $0<(\text{Ti}+\text{Zr}+\text{Hf}+\text{V}+\text{Nb}+\text{Ta}+\text{Mo}+\text{W}+\text{Mn}+\text{Re}+\text{Ru}+\text{Os}+\text{Rh}+\text{Ir}+\text{Ni}+\text{Pd}+\text{Cu}+\text{Ag}+\text{Au}+\text{C})$

<40at%含むことも可能である。

【0011】また、本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットを用いてCo-Cr-Pt-B系磁性膜を成膜することにより、磁気記録媒体の製造を安定して行うことが可能となる。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明の最大の特徴は、Co-Cr-Pt-B系ターゲットにおいてホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径を微細均一化したことにある。ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルはターゲットのホウ化物の分散度合いに大きな影響を与える。このホウ化物の分散度合いが、ターゲットを用いてスパッタリングにより磁性膜を形成する際に、磁性膜の磁気特性の均一性に影響を与えるものである。

【0013】そこで、本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットは、ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径を微細均一化することにより、磁性膜の保磁力や角型比といった磁気特性のばらつきを抑制し、磁気記録媒体の安定製造をもたらすものである。ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径を200 μ m以下と限定した理由は、セルの平均径が200 μ mを超えると、磁性膜の磁気特性の均一性が著しく劣化するためである。

【0014】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットのホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径を微細化する方法としては、例えば、ターゲットの鋳造時の冷却速度を早める方法がある。

【0015】Bが添加された合金においては、凝固時の過冷却が大きくなるので、鋳造時の冷却速度を速めることにより、微細な等軸晶が比較的容易に形成される。そのため、ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルは微細となる。鋳造時の冷却速度を速める具体的な方法としては、鋳型自体の冷却能を高める方法、インゴットの厚みを薄くする方法、鋳込み温度を下げる等があるが、鋳型をCu等の冷却能の高い材質で作製することや鋳型自体を水冷する方法などが挙げられる。これらの方法を用いることで、より簡易にホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径の微細化することが可能となる。また、溶解・鋳造を行う雰囲気も冷却速度に多少は影響を及ぼすが、ターゲット中の酸素等のガス成分が低減される真空中で行うことが好ましい。

【0016】さらに、本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットにおいて、ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径を200 μ m以下としたターゲット材に例えば熱間圧延や熱間鍛造のような熱間塑性加工を行い、マトリクスを再結晶化させ、マトリクスの平均結晶粒径を40 μ m以下とすることにより、Co-Cr-Pt-B系スパッタ膜の磁性膜の保磁力や角型比といった磁気特性のばらつきはさらに低減されるため好ましい。

より、Co-Cr-Pt-B系スパッタ膜の磁性膜の保磁力や角型比といった磁気特性のばらつきはさらに低減されるため好ましい。

【0017】ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径およびマトリクス平均粒径を求める方法としては、例えば、作製したターゲットの表面部および中心部のミクロ組織をスパッタ面方向から光学顕微鏡で観察し、その観察写真を元に切断法により測定する方法を用いることが可能である。

【0018】また、本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットにおいて、ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径およびマトリクスの平均結晶粒径にばらつきがあることも、膜特性のばらつき、特にスパッタ成膜時の経時変化の原因となるため、ホウ化物が形成しているネットワークの平均径のばらつきが、 a_s/a_m で0.5~2.0であることによりスパッタ時の経時変化が抑制できるため好ましく、さらにその効果を得るためにはマトリクスの平均結晶粒径のばらつきが、 b_s/b_m とすることにより可能である。

【0019】このようなホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径のばらつきが少ないターゲットは、例えば、鋳造時の冷却をより速くすること、インゴットの厚みを薄くすることにより、冷却を速く均一に行うことにより可能となる。

【0020】また、マトリクスの平均結晶粒径のばらつきの少ないターゲットは、例えば、熱間塑性加工時の加工率等の熱間塑性加工条件を制御することにより作製可能となる。具体的には、加工率が高過ぎると熱間塑性加工時の異方性によりばらつきが大きくなり、低過ぎると再結晶がおきないため熱間塑性加工の効果が無い。また、熱間塑性加工として熱間圧延を行う際は、クロス圧延を行うことにより圧延による組織の異方性があまり現れないため好ましい。さらに、熱間塑性加工の前後に熱処理を行って組織制御を行うことも可能である。

【0021】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットの好ましい組成範囲は $1 \leq B \leq 15 \text{ at\%}$ 、 $5 \leq Pt \leq 30 \text{ at\%}$ 、 $10 \leq Cr \leq 30 \text{ at\%}$ 、残部実質的にCoである。以下各元素の添加量限定について詳しく説明する。

【0022】Bは、膜中で粒界へ偏析し、Pt元素を粒内へ偏析させる効果があり、さらにCr等の非磁性元素も粒界へ偏析させる効果があり、これらの効果は1at%以上の添加で顕著になる。また、Bは非晶質化を促進させる元素であり15at%を越える添加を行うと、膜の結晶性を損ない、膜の磁気特性を劣化させるため、 $1 \leq B \leq 15 \text{ at\%}$ が好ましい。

【0023】Ptは、Coに固溶することにより磁気異方性を高め、膜の保磁力を上げる効果がある。保磁力増大には5at%以上の添加を行うことにより顕著な効果

が見られ、また、30at%を越える添加は、Coが本来持つ特性である磁気異方性等の磁気特性を著しく低下させるため、 $5 \leq \text{Pt} \leq 30 \text{at}\%$ が好ましい。

【0024】Crは、膜中で粒界へ偏析し、粒界を非磁性にすることにより、強磁性Co粒を磁氣的に分断する効果があり、10at%未満の添加では、磁氣的な分断が十分では無く、また、30at%を越える添加は膜そのものの磁化を低下させ過ぎるため、 $10 \leq \text{Cr} \leq 30 \text{at}\%$ が好ましい。

【0025】Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Mo、W、Mn、Re、Ru、Os、Rh、Ir、Ni、Pd、Cu、Ag、AuおよびC添加は、磁気特性を改善する添加元素として添加可能である。これらの元素は少量の添加で効果が認められるが、総量で40at%を越えると膜の磁気特性および結晶性を著しく損なうため $0 < (\text{Ti} + \text{Zr} + \text{Hf} + \text{V} + \text{Nb} + \text{Ta} + \text{Mo} + \text{W} + \text{Mn} + \text{Re} + \text{Ru} + \text{Os} + \text{Rh} + \text{Ir} + \text{Ni} + \text{Pd} + \text{Cu} + \text{Ag} + \text{Au} + \text{C}) < 40 \text{at}\%$ が好ましい。

【0026】

【実施例】(実施例1) Co-20Cr-10Pt-5B(at%)の組成を持つφ101mm×5mmのターゲットを、表1に示す鑄造条件および熱間圧延条件で作製した。作製したターゲットのスパッタ表面部および厚み方向の中心部のそれぞれ中央から試験材(以下、TP)を採取し、そのTPからマイクロ組織をスパッタ面方向から光学顕微鏡で行い、切断法によりホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径およびマトリクス平均粒径を測定した結果を表2に示す。ただし、ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径およびマトリクス平均粒径は、それぞれの表面部および中心部の平均値とした。*

*【0027】また、熱間圧延を施していないターゲットのマトリクスは再結晶されておらずマクロ的な結晶で構成されているため、厳密な平均粒径の測定が光学顕微鏡では困難であったため測定不能とした。本発明のターゲットの代表的な組織として試料5および試料10のマイクロ組織写真をそれぞれ図1および図2に示す。表1、表2、図1および図2より鑄型の材質およびインゴット厚を制御することにより、ホウ化物が形成しているネットワークのセルの平均径を微細均一にすることが可能であることがわかる。なお、表1の試料11、12に示されるセラミックスは、ロストワックス法により鑄造を行う際に用いる鑄型である。

【0028】

【表1】

試料	鑄型材質	インゴット厚 (mm)	圧延率 (%)
1	Cu	25	25
2	Cu	30	25
3	Cu	35	25
4	Cu	40	0
5	Cu	40	25
6	Cu	40	50
7	Fe	25	25
8	Fe	35	0
9	Fe	35	25
10	Fe	40	25
11	セラミックス	25	25
12	セラミックス	40	25

【0029】

【表2】

試料	セル 平均径 (μm)	表面部 セル 平均径 (μm)	中心部 セル 平均径 (μm)	表面/中心 セル平均径 比率	備考
1	27	24	30	0.80	本発明例
2	35	31	39	0.79	本発明例
3	41	34	48	0.71	本発明例
4	53	40	65	0.62	本発明例
5	53	41	65	0.63	本発明例
6	57	44	69	0.64	本発明例
7	83	67	98	0.68	本発明例
8	101	70	132	0.53	本発明例
9	106	73	138	0.53	本発明例
10	125	79	170	0.46	本発明例
11	214	150	278	0.54	比較例
12	230	159	301	0.53	比較例

【0030】

【表3】

試料	マトリクス 平均粒径 (μm)	表面部 マトリクス 平均粒径 (μm)	中心部 マトリクス 平均粒径 (μm)	表面／中心 マトリクス 平均粒径 比率	備考
1	9	8	9	0.89	本発明例
2	11	10	12	0.83	本発明例
3	12	11	12	0.92	本発明例
4	—	—	—	—	本発明例
5	12	10	13	0.77	本発明例
6	11	8	14	0.57	本発明例
7	16	15	17	0.88	本発明例
8	—	—	—	—	本発明例
9	17	16	17	0.94	本発明例
10	19	18	20	0.90	本発明例
11	18	17	19	0.89	比較例
12	23	21	25	0.84	比較例

【0031】（実施例2）NiPメッキを施したAl基板を用い、基板上に、基板温度150℃、Ar圧0.6 Pa、DC電力500Wの条件でCr下地膜および表1の条件で作製した各種Co-20Cr-10Pt-5

B (at%) のターゲットで磁性膜を成膜した。
【0032】磁性膜の特性ばらつきを調査するため総成膜時間が1時間から1時間間隔で5時間までの成膜基板を作製し、VSM（振動試料型磁力計）で測定した保磁*

*力Hcの計測結果を表4に示す。ただし、表4は、各試料の成膜時間が1時間の時の保磁力を100とした相対値で表した。表4よりホウ化物が形成しているネットワークのセルの平均径およびマトリクスの平均結晶粒径を微細均一にすることにより、スパッタ成膜時の膜特性の安定化がなされていることがわかる。

【0033】

【表4】

試料	保磁力（相対値）					備考
	1時間	2時間	3時間	4時間	5時間	
1	100	100	100	99	99	本発明例
2	100	101	99	100	99	本発明例
3	100	101	102	100	100	本発明例
4	100	104	95	94	94	本発明例
5	100	98	101	102	97	本発明例
6	100	97	102	98	97	本発明例
7	100	100	103	96	97	本発明例
8	100	94	95	98	90	本発明例
9	100	102	96	96	93	本発明例
10	100	102	98	90	93	本発明例
11	100	90	91	101	87	比較例
12	100	98	102	89	88	比較例

【0034】（実施例3）Co-20Cr-10Pt-5B (at%) の原料にTa、Zr、Cu、Mo、Ti およびNiをそれぞれ単独で2at%添加した組成を持つ $\phi 101\text{mm} \times 5\text{mm}$ のターゲットを表5に示す鑄造条件および熱間圧延条件で作製した。作製したターゲットの中心部のミクロ組織観察をスパッタ面方向から行い、切断法によりホウ化物で形成されているネットワー

クによって分割されるセルの平均径およびマトリクス平均粒径を測定した結果を表6に示す。表6より鑄型の材質およびインゴット厚を制御することにより、ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径を微細にすることが可能であることがわかる。

【0035】

【表5】

作製方法	鑄型材質	インゴット厚 (mm)	圧延率 (%)
A	Cu	30	25
B	Cu	40	25
C	セラミックス	40	25

【0036】

＊ ＊【表6】

試料	添加元素	作製方法	セル平均径 (μm)	マトリクス 平均粒径 (μm)	備考
21	Ta	A	35	10	本発明例
22	Ta	B	60	11	本発明例
23	Ta	C	280	19	比較例
24	Zr	A	30	11	本発明例
25	Zr	B	55	11	本発明例
26	Zr	C	270	13	比較例
27	Cu	A	45	13	本発明例
28	Cu	B	65	13	本発明例
29	Cu	C	310	22	比較例
30	Mo	A	40	12	本発明例
31	Mo	B	70	14	本発明例
32	Mo	C	320	18	比較例
33	Ti	A	35	11	本発明例
34	Ti	B	65	12	本発明例
35	Ti	C	290	20	比較例
36	Ni	A	45	14	本発明例
37	Ni	B	70	15	本発明例
38	Ni	C	330	21	比較例

【0037】

【発明の効果】本発明により、磁気ディスク装置用などの磁気記録媒体のCo-Cr-Pt-B系磁性膜の磁気特性のばらつきを抑えたCo-Cr-Pt-B系ターゲットを供給することが可能となり、磁気記録媒体の製造に欠かせない技術となった。

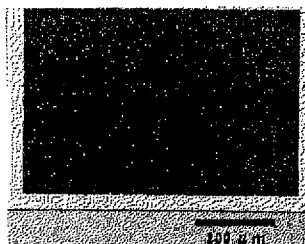
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットの※

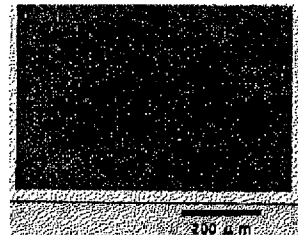
30※一実施例を示す表1の試料5のターゲット材をスパッタ面方向から観察したミクロ組織を示す光学顕微鏡写真である。

【図2】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットの一実施例を示す表1の試料10のターゲット材をスパッタ面方向から観察したミクロ組織を示す光学顕微鏡写真である。

【図1】



【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成13年3月5日(2001. 3. 5)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正内容】

【0018】また、本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットにおいて、ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径およびマトリクス*

*の平均結晶粒径にはばらつきがあることも、膜特性のばらつき、特にスパッタ成膜時の経時変化の原因となるため、ホウ化物が形成しているネットワークの平均径のばらつきが、 a_s/a_m で0.5~2.0であることによりスパッタ時の経時変化が抑制できるため好ましく、さらにその効果を得るためにはマトリクスの平均結晶粒径のばらつきが、 b_s/b_m で0.5~2.0とすることにより可能である。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4K029 AA02 AA24 BA06 BA07 BA13
BA21 BA33 BD11 DC04 DC08
5D006 BB02 DA03 EA03 FA09
5D112 AA05 AA24 BB05 FA04 FB06
5E049 AA04 BA06